

ALUMINUM NITRIDE-BASED SINTERED PRODUCT, METAL-EMBEDDED ARTICLE AND DEVICE FOR HOLDING SEMICONDUCTOR

Patent Number: JP2000063177
Publication date: 2000-02-29
Inventor(s): ARAKI KIYOSHI; KATSUTA YUJI; SHIMURA SADANORI; OHASHI HARUAKI
Applicant(s):: NGK INSULATORS LTD
Requested Patent: ☐ JP2000063177 (JP00063177)
Application Number: JP19980227091 19980811
Priority Number(s):
IPC Classification: C04B35/581 ; H01L21/68 ; H05B3/18
EC Classification:
Equivalents:

Abstract

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a compact aluminum nitride-based sintered product exhibiting a high volume resistivity even in a high temperature region.

SOLUTION: This aluminum nitride-based sintered product contains aluminum nitride as a main component, has the polycrystalline structure of aluminum nitride crystals, and contains lithium in an amount of ≥ 100 -500 ppm converted into the oxide in the sintered product. The volume resistivity of the sintered product is preferably $\geq 1.0 \times 10^7 \Omega \cdot \text{cm}$ at 700 deg.C.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-63177

(P2000-63177A)

(43) 公開日 平成12年2月29日 (2000.2.29)

(51) Int. Cl. ⁷	識別記号	F I	テ-マ-ト* (参考)
C 0 4 B 35/581		C 0 4 B 35/58	1 0 4 A 3 K 0 9 2
H 0 1 L 21/68		H 0 1 L 21/68	R 4 G 0 0 1
H 0 5 B 3/18		H 0 5 B 3/18	5 F 0 3 1

審査請求 未請求 請求項の数20 O L (全 11 頁)

(21) 出願番号	特願平10-227091	(71) 出願人	000004064 日本碍子株式会社 愛知県名古屋市長瀬区須田町2番56号
(22) 出願日	平成10年8月11日 (1998.8.11)	(72) 発明者	新木 清 愛知県名古屋市長瀬区須田町2番56号 日 本碍子株式会社内
		(72) 発明者	勝田 祐司 愛知県名古屋市長瀬区須田町2番56号 日 本碍子株式会社内
		(74) 代理人	100059258 弁理士 杉村 暁秀 (外8名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 窒化アルミニウム質焼結体、金属埋設品および半導体保持装置

(57) 【要約】

【課題】緻密質の窒化アルミニウム質焼結体において、高温領域においても高い体積抵抗率を示す焼結体を提供する。

【解決手段】窒化アルミニウム質焼結体は、窒化アルミニウムを主成分とし、窒化アルミニウム結晶の多結晶構造を有しており、焼結体中に酸化物に換算して100 ppm以上、500 ppm以下のリチウムを含有している。好ましくは、焼結体の700℃における体積抵抗率が $1.0 \times 10^{-7} \Omega \cdot \text{cm}$ 以上である。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】窒化アルミニウムを主成分とし、窒化アルミニウム結晶の多結晶構造を有している窒化アルミニウム質焼結体であって、前記窒化アルミニウム質焼結体中に 100ppm 以上、500ppm 以下のリチウムを含有していることを特徴とする、窒化アルミニウム質焼結体。

【請求項 2】700℃における体積抵抗率が $1.0 \times 10^7 \Omega \cdot \text{cm}$ 以上であることを特徴とする、請求項 1 記載の窒化アルミニウム焼結体。

【請求項 3】セラミックス部材と、このセラミックス部材中に埋設されている金属部材とを備えている金属埋設品であって、前記セラミックス部材の少なくとも一部が、請求項 1 または 2 記載の窒化アルミニウム質焼結体によって構成されていることを特徴とする、金属埋設品。

【請求項 4】前記セラミックス部材中に、前記金属部材として少なくとも抵抗発熱体が埋設されており、前記セラミックス部材に加熱面が設けられていることを特徴とする、請求項 3 記載の金属埋設品。

【請求項 5】前記金属部材として前記抵抗発熱体に加えて電極が埋設されており、前記抵抗発熱体と前記加熱面との間に前記電極が設けられていることを特徴とする、請求項 4 記載の金属埋設品。

【請求項 6】前記セラミックス部材が前記窒化アルミニウム質焼結体からなることを特徴とする、請求項 3-5 のいずれか一つの請求項に記載の金属埋設品。

【請求項 7】前記セラミックス部材が、基体と、この基体の表面の少なくとも一部を覆う表面層とを備えており、前記表面層が前記窒化アルミニウム質焼結体からなることを特徴とする、請求項 3-5 のいずれか一つの請求項に記載の金属埋設品。

【請求項 8】前記基体が窒化アルミニウムからなることを特徴とする、請求項 7 記載の金属埋設品。

【請求項 9】前記セラミックス部材が、基体と、この基体の表面の少なくとも一部を覆う表面層とを備えており、前記基体が前記窒化アルミニウム質焼結体からなることを特徴とする、請求項 3-5 のいずれか一つの請求項に記載の金属埋設品。

【請求項 10】前記表面層が窒化アルミニウムからなることを特徴とする、請求項 9 記載の金属埋設品。

【請求項 11】前記基体と前記表面層が一体焼結されていることを特徴とする、請求項 7-10 のいずれか一つの請求項に記載の金属埋設品。

【請求項 12】前記抵抗発熱体および前記電極が前記基体中に埋設されていることを特徴とする、請求項 7-11 のいずれか一つの請求項に記載の金属埋設品。

【請求項 13】前記抵抗発熱体が前記基体中に埋設されており、前記電極が前記表面層中に埋設されていることを特徴とする、請求項 7-11 のいずれか一つの請求項

に記載の金属埋設品。

【請求項 14】前記セラミックス部材が、外殻層と、この外殻層の中に埋設されている内包層とを備えており、前記内包層が前記窒化アルミニウム質焼結体からなることを特徴とする、請求項 3-5 のいずれか一つの請求項に記載の金属埋設品。

【請求項 15】前記抵抗発熱体と前記電極との間に前記内包層が介在していることを特徴とする、請求項 14 記載の金属埋設品。

10 【請求項 16】前記内包層中に前記電極が埋設されていることを特徴とする、請求項 14 記載の金属埋設品。

【請求項 17】前記外殻層が窒化アルミニウムからなることを特徴とする、請求項 14-16 のいずれか一つの請求項に記載の金属埋設品。

【請求項 18】前記表面層または前記外殻層を構成する前記窒化アルミニウム中のアルミニウム以外の金属不純物量が 1000ppm 以下であることを特徴とする、請求項 10 または 17 記載の金属埋設品。

20 【請求項 19】半導体を保持する保持装置であって、ハロゲンガスプラズマに曝される耐食面と背面とを備えるサセプターを備えており、前記サセプターの少なくとも一部が、請求項 1 または 2 記載の窒化アルミニウム質焼結体からなることを特徴とする、半導体保持装置。

【請求項 20】半導体を保持する保持装置であって、ハロゲンガスプラズマに曝される耐食面と背面とを備えるサセプターを備えており、前記サセプターが、請求項 3-18 のいずれか一つの請求項に記載の金属埋設品からなることを特徴とする、半導体保持装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、室温から高温において高い体積抵抗率を有する、新規な緻密質窒化アルミニウム焼結体に関するものであり、また、この窒化アルミニウム焼結体を利用した金属埋設品、特にヒーターに関するものである。

【0002】

【従来の技術】現在、静電チャックの基体として、緻密質セラミックスが注目されている。特に半導体製造装置においては、エッチングガスやクリーニングガスとして、 ClF_3 等のハロゲン系腐食性ガスを多用する。また、半導体ウエハーを保持しつつ、急速に加熱し、冷却させるためには、静電チャックの基体が高い熱伝導性を備えていることが望まれる。また、急激な温度変化によって破壊しないような耐熱衝撃性を備えていることが望まれる。緻密な窒化アルミニウムは、前記のようなハロゲン系腐食性ガスに対して高い耐食性を備えている。また、こうした窒化アルミニウムは、高熱伝導性材料として知られており、その体積抵抗率が室温で $10^7 \Omega \cdot \text{cm}$ 以上であり、耐熱衝撃性も高い。従って、半導体製造装置用の静電チャックの基体を窒化アルミニウム焼結

体によって形成することが好適である。

【0003】本出願人は、特公平7-50736号公報において、窒化アルミニウムからなる基体中に抵抗発熱体と静電チャック電極とを埋設したり、あるいは抵抗発熱体と高周波発生用電極とを埋設したりすることを開示している。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】静電チャック等において、窒化アルミニウム質焼結体からなる基材中に電極や抵抗発熱体を埋設する際には、リーク電流を防止するために、この焼結体が使用温度範囲において、ある程度以上の体積抵抗率を示す必要がある。しかし、サセプターの使用温度が600℃以上、更には700℃以上、1200℃以下の領域になると、基材の体積抵抗率が低下してくる。このため、従来よりも体積抵抗率が高く、特に高温領域においても高い体積抵抗率を示す窒化アルミニウム質焼結体が求められている。また、こうした窒化アルミニウム質焼結体は、緻密質であって、かつ高純度であることが求められている。

【0005】本発明の課題は、窒化アルミニウム質焼結体において、高温領域においても高い体積抵抗率を示す焼結体を提供することである。

【0006】また、本発明の課題は、この窒化アルミニウム質焼結体を利用して、金属部材からのリーク電流が生じにくい金属埋設品を提供することである。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明は、窒化アルミニウムを主成分とし、窒化アルミニウム結晶の多結晶構造を有している窒化アルミニウム質焼結体であって、焼結体中に100ppm以上、500ppm以下のリチウム

【0008】また、本発明は、セラミックス部材と、このセラミックス部材中に埋設されている金属部材とを備えている金属埋設品であって、セラミックス部材の少なくとも一部が、前記焼結体によって構成されていることを特徴とする。

【0009】また、本発明は、半導体を保持する保持装置であって、ハロゲンガスプラズマに曝される耐食面と背面とを備えるサセプターを備えており、前記サセプターの少なくとも一部が、前記窒化アルミニウム質焼結体

【0010】また、本発明は、半導体を保持する保持装置であって、ハロゲンガスプラズマに曝される耐食面と背面とを備えるサセプターを備えており、サセプターが、前記金属埋設品からなることを特徴とする。

【0011】本発明者は、窒化アルミニウム質焼結体中に、500ppm以下の微量のリチウムを添加することによって、焼結体の体積抵抗率が顕著に上昇し、特に600℃以上の高温領域における体積抵抗率が著しく向上することを発見し、本発明に到達した。このような焼結

体を、金属埋設品ないし半導体保持装置に適用することによって、高温用途においても、適切な電気絶縁性を有する装置を提供できる。

【0012】しかも、リチウムの添加量が500ppm以下と微量であることから、特に金属汚染を嫌う半導体製造装置用として好適である。

【0013】本発明の焼結体におけるアルミニウムの含有量は、窒化アルミニウム粒子が主相として存在し得るだけの量である必要があり、好ましくは35重量%以上である。また、窒化アルミニウム結晶の多結晶構造中には、窒化アルミニウム結晶以外に、微量の他の結晶相、例えば酸化リチウム相を含んでいてよい。

【0014】また、後述する実施例では、リチウムを添加したときにも、X線回折法では窒化アルミニウム相以外の相は確認できなかった。一方、リチウムを過剰に添加すると、X線回折法では、リチウムアルミネートや酸化リチウムのピークが見られた。これらのことから、本発明の焼結体中では、リチウムは、少なくとも一部が窒化アルミニウム格子中には固溶している可能性があり、また、リチウムアルミネートや酸化リチウムなどの、X線回折法では確認には至らない程度の微結晶として析出している可能性がある。

【0015】リチウムの添加により、高温での体積抵抗率が高くなる理由は不明であるが、リチウムの少なくとも一部が窒化アルミニウム中に固溶し、窒化アルミニウムの格子欠陥を補償していることが考えられる。

【0016】半導体製造用途において、本発明の焼結体を、リチウムを含有しない窒化アルミニウムと一体化した場合には、この窒化アルミニウム中の金属不純物量（アルミニウム以外の金属量）は、1000ppm以下であることが好ましい。

【0017】窒化アルミニウムの原料は、直接窒化法または還元窒化法によって得られた粉末であることが好ましい。リチウムは、窒化アルミニウムの原料粉末に対して、硝酸リチウム、炭酸リチウム、フッ化リチウム、窒化リチウムなど、種々の形態で添加できる。リチウム化合物は、粉末の状態で添加できる。また、硝酸塩、アルコキシドなどは、これらの化合物が可溶である適当な溶剤に溶解させて溶液を得て、溶液を添加することもできる。

【0018】焼結体の成形は、乾式プレス、ドクターブレード法、押し出し、鋳込み等公知の方法を適用できる。

【0019】本発明の焼結体は、ホットプレス焼成にすることが好ましく、被焼成体を50kgf/cm²以上の圧力下でホットプレス焼結させることが好ましい。

【0020】特に、基体と表面層とを備えている金属埋設品を製造する際には、基体の被焼成体を成形し、その内部に抵抗発熱体等の金属部材を埋設し、基体の被焼成体の表面の少なくとも一部に、表面層の被焼成体を形成

して被焼成体の一体物を作成し、この一体物を50kgf/cm²以上の圧力下でホットプレス焼結させることが好ましい。また、外殻層と内包層とを備えている金属埋設品を製造する際には、内包層の被焼成体を成形し、その内部に抵抗発熱体等の金属部材を埋設し、内包層の被焼成体の周りに外殻層の被焼成体を形成して被焼成体の一体物を作成し、この一体物を50kgf/cm²以上の圧力下でホットプレス焼結させることが好ましい。

【0021】以下、具体的な実験結果について述べる。窒化アルミニウム原料粉末（還元窒化粉または直接窒化粉）とリチウム化合物をそれぞれ所定量秤量した。実験番号1-4ではリチウムを添加せず、番号5-20、33-44、57-60では硝酸リチウムを添加し、番号21-32、45-56では炭酸リチウムを添加した。次いで、イソプロピルアルコールを溶媒として、ポットミル混合し、乾燥し、各表に示す組成の混合粉を得た。このとき、硝酸リチウムは、イソプロピルアルコールに溶解し、液体となる。炭酸リチウムは、粉体のまま窒化アルミニウム粉末と混合される。

【0022】この混合粉を、200kgm/cm²の圧*20

*力で一軸加圧成形することにより、直径φ100mmの円盤状成形体を作製した。この成形体を黒鉛モールドに収納して、ホットプレス焼成を行った。最高温度は1700℃-2000℃とし、最高温度での保持時間はいずれも4時間とした。得られた各焼結体について、以下の特性を評価した。

【0023】（高温体積抵抗率） 真空中において、JIS2141に基づいた絶縁物の体積抵抗率測定法による。ただし、例えば1.5E+07は、 1.5×10^7 を示す符号である。

（分析されたリチウム量） 湿式化学分析による。

（熱伝導率） レーザーフラッシュ法による。

（曲げ強度） JIS R 1601に基づいた室温4点曲げ強度試験法による。

（嵩密度） 純水を媒体としたアルキメデス法による。

（CTE） 窒素中、室温から800℃までの熱膨張率の平均値である。5℃/分で昇温した。

【0024】

（表1）

番号	AIN粉	焼成温度	Li源	Li助剤量(重量%)	Li以外の添加剤	高温抵抗率Ωcm 600℃700℃	分析されたLi量(ppm)	熱伝導率W/m・K	曲げ強度MPa	嵩密度g/cc	CTE(-800℃)ppm		
1	比較例	板状粉	1800℃	—	0.0wt%	C:0.05wt%	1.5E+07	—	<1	88	376	3.26	5.4
2	比較例	板状粉	1900℃	—	0.0wt%	—	—	—	<1	81	377	3.27	5.2
3	比較例	板状粉	1900℃	—	0.0wt%	Y2O3:0.1wt%	—	—	<1	90	308	3.27	5.3
4	比較例	板状粉	1800℃	—	0.0wt%	Y2O3:5wt%	1.2E+08	—	<1	197	331	3.32	5.4
5	実施例	板状粉	1700℃	硝酸Li	0.1wt%	—	1.6E+09	4.2E+07	160	95	392	3.23	5.3
6	実施例	板状粉	1700℃	硝酸Li	0.3wt%	—	1.0E+09	8.1E+07	420	98	352	3.25	5.4
7	比較例	板状粉	1700℃	硝酸Li	1.0wt%	—	8.7E+07	—	1500	73	268	3.24	5.4
8	比較例	板状粉	1700℃	硝酸Li	3.0wt%	—	—	—	5700	55	233	3.20	5.5
9	実施例	板状粉	1800℃	硝酸Li	0.1wt%	—	8.7E+08	2.3E+07	200	110	405	3.28	5.3
10	実施例	板状粉	1800℃	硝酸Li	0.3wt%	—	4.7E+08	1.5E+07	480	83	328	3.26	5.1
11	比較例	板状粉	1800℃	硝酸Li	1.0wt%	—	4.1E+07	—	1500	49	322	3.24	5.3
12	比較例	板状粉	1800℃	硝酸Li	3.0wt%	—	—	—	5800	38	143	3.19	5.5

【0025】

※ ※ 【表2】

番号		AIN粉	焼成温度	Li源	Li助剤量 (重量%)	Li以外の 添加剤	高温抵抗率Ωcm 600℃ 700℃	分析された Li量(ppm)	熱伝導率 W/m・K	曲げ強度 MPa	嵩密度 g/cc	CTE(-800℃ ppm
13	実施例	板状粉	1900℃	硝酸Li	0.1wt%	—	4.2E+08 2.1E+07	150	81	374	3.26	5.2
14	実施例	板状粉	1900℃	硝酸Li	0.3wt%	—	3.2E+09 1.7E+08	380	73	280	3.24	5.3
15	比較例	板状粉	1900℃	硝酸Li	1.0wt%	—	— —	1100	44	404	3.26	5.4
16	比較例	板状粉	1900℃	硝酸Li	3.0wt%	—	— —	3800	35	138	3.20	5.6
17	実施例	板状粉	2000℃	硝酸Li	0.1wt%	—	1.3E+08 1.5E+07	150	76	344	3.25	5.3
18	実施例	板状粉	2000℃	硝酸Li	0.3wt%	—	1.1E+08 1.2E+07	260	68	302	3.26	5.3
19	比較例	板状粉	2000℃	硝酸Li	1.0wt%	—	— —	1000	39	246	3.25	5.5
20	比較例	板状粉	2000℃	硝酸Li	3.0wt%	—	— —	3500	28	113	3.19	5.4
21	実施例	板状粉	1700℃	炭酸Li	0.1wt%	—	1.7E+09 2.5E+08	280	88	404	3.24	5.3
22	比較例	板状粉	1700℃	炭酸Li	0.3wt%	—	2.1E+07 —	990	83	308	3.25	5.4
23	比較例	板状粉	1700℃	炭酸Li	0.5wt%	—	— —	1300	79	339	3.25	5.7
24	比較例	板状粉	1700℃	炭酸Li	1.0wt%	—	— —	2700	72	188	3.23	5.4

【0026】

* * 【表3】

番号	AIN粉	焼成温度	Li源	Li助剤量 (重量%)	Li以外の 添加剤	高温抵抗率 Ωcm 600℃ 700℃	分析された Li量(ppm)	熱伝導率 W/m-K	曲げ強度 MPa	高密度 g/cc	CTE(-800℃) ppm
25 実施例	炭酸Li	1800℃	炭酸Li	0.1wt%	—	3.3E+09 3.5E+08	310	89	358	3.26	5.3
26 比較例	炭酸Li	1800℃	炭酸Li	0.3wt%	—	1.6E+07 —	1000	79	376	3.25	5.2
27 比較例	炭酸Li	1800℃	炭酸Li	0.5wt%	—	— —	1600	74	310	3.25	5.4
28 比較例	炭酸Li	1800℃	炭酸Li	1.0wt%	—	— —	3000	51	154	3.22	5.3
29 実施例	炭酸Li	1900℃	炭酸Li	0.1wt%	—	3.9E+09 2.5E+08	340	83	424	3.26	5.3
30 比較例	炭酸Li	1900℃	炭酸Li	0.3wt%	—	— —	900	75	247	3.24	5.4
31 比較例	炭酸Li	1900℃	炭酸Li	0.5wt%	—	— —	1500	68	237	3.24	5.6
32 比較例	炭酸Li	1900℃	炭酸Li	1.0wt%	—	— —	2300	46	168	3.22	5.5
33 実施例	硝酸Li	1700℃	硝酸Li	0.1wt%	—	9.4E+08 5.6E+07	180	82	363	3.12	5.3
34 実施例	硝酸Li	1700℃	硝酸Li	0.3wt%	—	1.8E+09 1.0E+08	480	81	381	3.22	5.5
35 比較例	硝酸Li	1700℃	硝酸Li	0.5wt%	—	1.4E+08 —	900	83	414	3.26	5.4
36 比較例	硝酸Li	1700℃	硝酸Li	1.0wt%	—	9.3E+07 —	1700	74	265	3.25	5.5

【0027】

* * 【表4】

番号	AIN粉	焼成温度	Li源	Li助剤量 (重量%)	Li以外の 添加剤	高温抵抗率 Ωcm 600℃ 700℃	分析された Li量(ppm)	熱伝導率 W/m-K	曲げ強度 MPa	高密度 g/cc	CTE(-800℃) ppm
37 実施例	炭酸Li	1800℃	硝酸Li	0.1wt%	—	5.7E+08 2.5E+07	210	88	378	3.27	5.3
38 実施例	炭酸Li	1800℃	硝酸Li	0.3wt%	—	2.6E+08 1.5E+07	490	87	467	3.26	5.1
39 比較例	炭酸Li	1800℃	硝酸Li	0.5wt%	—	9.8E+07 —	880	85	273	3.25	5.3
40 比較例	炭酸Li	1800℃	硝酸Li	1.0wt%	—	5.2E+07 —	1800	71	431	3.26	5.2
41 実施例	炭酸Li	1900℃	硝酸Li	0.1wt%	—	8.5E+08 7.9E+07	140	82	319	3.26	5.4
42 実施例	炭酸Li	1900℃	硝酸Li	0.3wt%	—	3.6E+08 3.4E+07	350	81	341	3.26	5.2
43 比較例	炭酸Li	1900℃	硝酸Li	0.5wt%	—	6.3E+07 —	610	79	369	3.26	5.3
44 比較例	炭酸Li	1900℃	硝酸Li	1.0wt%	—	3.4E+07 —	1100	62	250	3.25	5.1
45 実施例	炭酸Li	1700℃	炭酸Li	0.1wt%	—	2.9E+08 9.1E+07	220	80	358	3.15	5.2
46 比較例	炭酸Li	1700℃	炭酸Li	0.3wt%	—	9.9E+07 —	1000	86	377	3.25	5.3
47 比較例	炭酸Li	1700℃	炭酸Li	0.5wt%	—	1.1E+08 —	1300	81	313	3.24	5.2
48 比較例	炭酸Li	1700℃	炭酸Li	1.0wt%	—	3.2E+07 —	2100	73	248	3.23	5.4

【0028】

* * 【表5】

番号	AIN粉	焼成温度	Li源	Li助剤量 (重量%)	Li以外の 添加剤	高温抵抗率 Ωcm 600℃ 700℃	分析された Li量(ppm)	熱伝導率 W/m-K	曲げ強度 MPa	高密度 g/cc	CTE(-800℃) ppm
49 実施例	炭酸Li	1800℃	炭酸Li	0.1wt%	—	2.8E+08 2.3E+07	320	88	416	3.26	5.3
50 比較例	炭酸Li	1800℃	炭酸Li	0.3wt%	—	9.1E+07 —	940	82	369	3.25	5.2
51 比較例	炭酸Li	1800℃	炭酸Li	0.5wt%	—	1.3E+07 —	1600	76	264	3.24	5.2
52 比較例	炭酸Li	1800℃	炭酸Li	1.0wt%	—	4.7E+07 —	3000	61	180	3.23	5.1
53 実施例	炭酸Li	1900℃	炭酸Li	0.1wt%	—	1.2E+09 8.0E+07	300	82	368	3.26	5.2
54 比較例	炭酸Li	1900℃	炭酸Li	0.3wt%	—	8.1E+07 —	980	75	285	3.26	5.3
55 比較例	炭酸Li	1900℃	炭酸Li	0.5wt%	—	3.8E+07 —	1400	69	189	3.26	5.1
56 比較例	炭酸Li	1900℃	炭酸Li	1.0wt%	—	1.3E+07 —	2400	57	162	3.22	5.1
57 実施例	炭酸Li	1800℃	硝酸Li	0.1wt%	MgO: 0.3wt%	1.2E+09 6.3E+07	210	75	323	3.29	5.3
58 実施例	炭酸Li	1900℃	硝酸Li	0.3wt%	MgO: 0.3wt%	9.5E+08 8.1E+07	450	68	316	3.25	5.2
59 実施例	炭酸Li	1900℃	硝酸Li	0.1wt%	MgO: 1.0wt%	7.4E+10 1.5E+08	230	59	308	3.26	5.4
60 実施例	炭酸Li	1900℃	硝酸Li	0.3wt%	MgO: 1.0wt%	1.1E+11 1.7E+08	490	48	329	3.26	5.3

【0029】比較例1-4ではリチウムを添加していない。番号5-20では、還元窒化粉を使用し、焼成温度を変化させ、かつリチウムの含有量を変化させた。この結果、比較例1-4に比べて、各実施例5、6、9、10、13、14、17、18では、いずれも600℃、

700℃における体積抵抗率が向上した。また、熱膨張係数には大きな変化は見られなかった。番号21-32では、炭酸リチウム、還元窒化粉を使用しているが、やはり本発明の範囲内の焼結体は、600℃、700℃における体積抵抗率が向上した。番号33-44では、硝

酸リチウム、直接窒化粉を使用しているが、やはり本発明の範囲内の焼結体は、600℃、700℃における体積抵抗率が向上し、他の特性には大きな変化は見られない。番号45-56では、炭酸リチウム、直接窒化粉を使用しているが、同様であった。

【0030】これらの実験結果から分かるように、リチウムの添加量は100ppm以上、500ppm以下とする必要があり、特に150ppm以上が好ましく、または400ppm以下が好ましい。

【0031】番号57-60は、リチウムに加えて、マグネシウムを添加したものである。なお、マグネシウムの量についての各数値は、焼結体中におけるマグネシウムの分析量（酸化物に換算）を示す。このように、マグネシウムを添加することによって、600℃、700℃における体積抵抗率が一層向上する。ただし、焼結体中のマグネシウムの量は、0.1-10重量%（酸化物換算）とすることが好ましく、0.3-1重量%とすることが一層好ましい。

【0032】本発明の窒化アルミニウム質焼結体は、特に半導体製造装置用のサセプター等のセラミックス部材に適しており、また、セラミックス部材中に金属部材を埋設してなる金属埋設品に対して好適である。

【0033】以下、図面を参照しつつ、本発明の好適な態様について述べる。例えば図1(a)においては、サセプター1Aの全体が、本発明の焼結体からなっている。2は加熱面である。図1(b)においては、サセプター1Bが、基体3と、基体3の表面の少なくとも一部を覆う表面層4とを備えている。基体3および/または表面層4が、本発明の焼結体からなる。サセプターの表面に高い体積抵抗率が求められる場合には、表面層4が本発明の焼結体からなる。

【0034】サセプターの全周ないし全表面にわたって、高い体積抵抗率が要求される場合には、図1(c)に示すサセプター1Cのように、内包層5の全表面が外殻層6によって被覆されており、外殻層6が本発明の焼結体からなる。

【0035】以下、特に金属埋設品に対して本発明を適用した実施形態について更に述べる。

【0036】金属埋設品は、少なくともセラミックス部材と、この中に埋設された金属部材を備えている。金属部材、特に導電性機能部品は、印刷によって形成された導電性膜であってもよいが、面状の金属バルク材であることが特に好ましい。ここで、「面状の金属バルク材」とは、金属線や金属板を、一体の二次元的に延びるバルク体として形成したものを言う。

【0037】金属部材は、高融点金属で形成することが好ましく、こうした高融点金属としては、タンタル、タングステン、モリブデン、白金、レニウム、ハフニウム及びこれらの合金を例示できる。被処理物としては、半導体ウエハーの他、アルミニウムウエハー等を例示でき

る。

【0038】本発明の焼結体を金属埋設品に適用することで、そのセラミックス部材の高温における体積抵抗率を適切に維持できる。特に、後述するように、セラミックス部材の表面層を本発明の焼結体によって形成するか、あるいは金属部材のうちの少なくとも一個（特に電極）を、本発明の焼結体からなる内包層に埋設するか、あるいは抵抗発熱体と電極との間に内包層を設けるか、あるいは本発明の焼結体中に何らかの形で金属部材を埋設することによって、電極が関与するリーク電流に伴う、動作不安定を防止できる。この新規な作用について更に説明する。

【0039】即ち、窒化アルミニウム基体中に抵抗発熱体と高周波電極とを埋設して高周波発生用の電極装置を作製し、これを例えば600℃以上、更には700℃以上、1200℃以下の高温領域で稼働させて見ると、高周波の状態、あるいは高周波プラズマの状態が不安定になることがあった。また、窒化アルミニウム基体中に抵抗発熱体と静電チャック電極とを埋設して静電チャック装置を作製し、これを例えば600℃以上の高温領域で稼働させて見た場合にも、静電吸着力に局所的にあるいは経時的に不安定が生ずることがあった。本発明者は、サセプター内の発熱体と高周波電極の間で電流が流れ、このリーク電流が高周波の状態に擾乱をもたらすことを見いだした。

【0040】窒化アルミニウムの体積抵抗率は、半導体的な挙動を示し、温度の上昇と共に低下することが知られている。本発明の焼結体を利用して従来の窒化アルミニウムと組み合わせるか、あるいは本発明の焼結体によってセラミックス部材の全体を形成することによって、例えば600℃-1200℃の領域においても、高周波の状態や静電吸着力を安定化させることができる。

【0041】本発明の一実施形態においては、セラミックス部材の全体が、本発明の焼結体からなる。図2は、この実施形態に係るサセプターを概略的に示す断面図であり、図3は抵抗発熱体の埋設パターンを示す模式図である。

【0042】金属埋設品10Aのセラミックス部材17中には、コイル状の抵抗発熱体7および電極9が埋設されている。抵抗発熱体7は背面8側に埋設されており、電極9は加熱面2側に埋設されている。抵抗発熱体7の平面的な埋設形状は、図3に模式的に示すようにした（図3では巻回体のパターンのみを示している）。即ち、モリブデン線を巻回して巻回体を得、巻回体の両端に端子18A、18Bを接合した（図2では端子を図示しない）。

【0043】抵抗発熱体7の全体は、図3において紙面に垂直な線に対して、ほぼ線対称に配置されている。互いに直径の異なる複数の同心円状部分7aが、線対称をなすように配置されており、同心円の直径方向に隣り合

う各同心円状部分 7 a が、それぞれ連結部分 7 d によって連絡している。最外周の同心円状部分 7 a が、連結部分 7 b を介して、ほぼ一周する円形部分 7 c に連結されている。

【0044】(サセプターの実施例 A) 図 2、図 3 に示した形態のサセプターを作製した。具体的には、イソプロピルアルコール中に、所定量の還元窒化法により得られた窒化アルミニウム粉末と、炭酸リチウム粉末(酸化物換算で 0.1 重量%)と、適量のアクリル系樹脂バインダーとを、ポットミルで混合し、噴霧造粒装置によって乾燥、造粒し、造粒顆粒を得た。この造粒顆粒中に、モリブデン製のコイル状の抵抗発熱体 7 および電極 9 を埋設した。電極 9 としては、直径 ϕ 0.4 mm のモリブデン線を、1 インチ当たり 24 本の密度で編んだ金網を使用した。モリブデン線を巻回して巻回体を得、巻回体の両端に端子を接合した。端子 18 A、18 B は、一つの保護管(図示しない)内に収容した。造粒顆粒を一軸加圧成形し、図 2 に示す形態の円盤状成形体を得た。

【0045】この成形体をホットプレス型中に収容し、密封した。昇温速度 300 °C/時間で温度を上昇させた。この際、室温~1000 °C の温度範囲で減圧を行った。この温度の上昇と同時に、圧力を上昇させた。最高温度を 1800 °C とし、1800 °C で 4 時間保持し、ホットプレス圧力を 200 kgf/cm² とし、窒素雰囲気下で焼成し、焼結体を得た。この焼結体を機械加工し、さらに仕上加工し、サセプター 10 A を得た。サセプターの直径を ϕ 24.0 mm とし、厚さを 1.8 mm とし、抵抗発熱体と加熱面との間隔を 6 mm とした。

【0046】図 2 に概略的に示す回路を作製した。即ち、電力供給用の高周波電源 11 を、電線 12、14 を介して抵抗発熱体 7 に接続し、かつアース 15 に接続した。電極 9 も電線 13 を介してアース 15 に接続した。

【0047】抵抗発熱体 7 から電極 9 へのリーク電流を、真空中、500、600、700 °C の各温度で、電線をクランプメータに通すことにより、測定した。また、導電性機能部品の動作の指標として、稼働温度 700 °C で、加熱面における最高温度と最低温度との差を測定した。この結果、各温度においてリーク電流は観測されず、加熱面の温度差は 10 °C であった。

【0048】(サセプターの比較例 B) 実施例 A と同様にしてサセプターを作製し、上記と同様の実験を行った。ただし、原料は窒化アルミニウムのみであり、リチウムやマグネシウムは添加しなかった。この結果、リーク電流は、500 °C では、2 mA であり、600 °C では、9 mA であり、700 °C では 45 mA であった。加熱面における温度差は 50 °C であった。このように加熱面に大きな温度差が生ずるのは、部分的にリーク電流が生じ、一旦リーク電流が生じると、その近傍に電流が集中し、ホットスポットが生ずるためであることが判明した。

【0049】他の実施形態に係る金属埋設品では、セラミックス部材が、基体と、基体の表面の少なくとも一部を覆う表面層とを備えている。この場合、表面層を、本発明の焼結体によって形成でき、これによって表面層の抵抗値を高温においても高く維持できる。この場合には、好ましくは、基体が窒化アルミニウムからなり、更には窒化アルミニウム中に含有されているアルミニウム以外の金属の含有量が 1000 ppm 以下である。

【0050】この場合、他の実施形態においては、基体が、本発明の焼結体からなる。この場合には、高温使用時に、基体内でのリーク電流を防止できる。この場合には、好ましくは、表面層が窒化アルミニウムからなり、更には窒化アルミニウム中に含有されているアルミニウム以外の金属の含有量が 1000 ppm 以下である。また、いずれの場合においても、基体と表面層とが一体焼結されていることが好ましい。

【0051】図 4、図 5 は、それぞれ、本実施形態に係る各金属埋設品 10 B、10 C を概略的に示す断面図である。図 2 に示した部分と同じ部分には同じ符号を付け、その説明を省略する。図 4 においては、セラミックス部材 40 A の基体 21 中に、抵抗発熱体 7 および電極 9 が埋設されており、電極 9 と加熱面 2 との間に表面層 22 が形成されている。図 5 においては、セラミックス部材 40 B の基体 23 中に抵抗発熱体 7 が埋設されており、表面層 24 中に電極 9 が埋設されている。

【0052】(サセプターの実施例 C、D) 図 4 に示すサセプター(実施例 C)、および図 5 に示すサセプター(実施例 D)を作製した。具体的には、イソプロピルアルコール中に、所定量の還元窒化法により得られた窒化アルミニウム粉末と、炭酸リチウム粉末(酸化物換算で 0.1 重量%)と、適量のアクリル系樹脂バインダーとを、ポットミルで混合し、噴霧造粒装置によって乾燥造粒し、造粒顆粒を得た。この造粒顆粒中に、図 4 においては、実施例 A における抵抗発熱体 7 および電極 9 を埋設し、図 5 においては、抵抗発熱体 7 のみを埋設した。造粒顆粒を一軸加圧成形し、基体 21、23 の各成形体を得た。

【0053】次に、イソプロピルアルコール中に、所定量の還元窒化法により得られた窒化アルミニウム粉末と、炭素換算で 0.05 重量%のフェノール樹脂と、適量のアクリル系樹脂バインダーとを、ポットミルで混合し、噴霧造粒装置によって乾燥造粒し、造粒顆粒を得た。この造粒顆粒を、図 4、5 に示すように基体の成形体に積層し、一軸加圧成形し、各表面層 22、24 を成形した。ただし、図 5 においては、表面層 24 の成形体内に電極 9 を埋設した。

【0054】各積層成形体を、実施例 A と同様に焼成した。抵抗発熱体と加熱面との間隔を 6 mm とした。そして、実施例 A と同様に試験した。この結果、いずれの実施例においても、各温度においてリーク電流は観測され

ず、加熱面の温度差は10℃であった。

【0055】各基体21、23から各試料（本発明内の焼結体）を切り出し、湿式化学分析によりリチウム量を測定したところ、実施例Cでは300ppmであり、実施例Dでは310ppmであった。各表面層22、24から各試料（本発明外の焼結体）を切り出し、湿式化学分析により金属不純物量を測定したところ、実施例Cでは63ppmであり、実施例Dでは59ppmであった。

【0056】本発明の他の実施形態では、セラミックス部材が、外殻層と内包層とを備えている。一例では、内包層が、電極と抵抗発熱体との間に介在している。図6は、この実施形態に係る金属埋設品10Dを概略的に示す断面図である。セラミックス部材40Cは、外殻層41と、外殻層の内部の内包層20とを備えている。内包層20は、本例では平面状の高抵抗層を形成しており、電極9と抵抗発熱体7との間に介在している。

【0057】図7は、他の実施形態に係る金属埋設品10Eを概略的に示す断面図である。セラミックス部材40Dは、外殻層25と、外殻層25の内部の内包層26とからなる。外殻層25に抵抗発熱体7が埋設されており、抵抗発熱体7と加熱面2との間に内包層26が設けられている。内包層26中には電極9が埋設されている。なお、本例では、内包層26の全体が外殻層25中に埋設されているが、内包層26の端部が外殻層25の表面に露出している。

【0058】（実施例G）図7に示す形態のサセプターを作製した。具体的には、イソプロピルアルコール中に、還元窒化法により得られた所定量の窒化アルミニウム粉末と、炭素換算で0.05重量%のフェノール樹脂と、アクリル系樹脂バインダーとを、ポットミルで混合し、噴霧造粒装置によって乾燥造粒した。造粒顆粒を一軸加圧成形し、基体25の成形体を得た。この成形体の中には、実施例Aと同様の抵抗発熱体7を埋設した。

【0059】更に、イソプロピルアルコール中に、還元窒化法により得られた所定量の窒化アルミニウム粉末と、炭酸リチウム粉末（酸化物換算で0.1重量%）と、アクリル系樹脂バインダーとを、ポットミルで混合し、噴霧造粒装置によって乾燥造粒した。この造粒顆粒を一軸加圧成形し、外殻層25の成形体に埋設し、内包層26を成形し、積層成形体を得た。内包層26の成形

体内には、実施例Aと同様の電極9を埋設した。

【0060】積層成形体を、実施例Aと同様に焼成し、試験した。この結果、500℃、600℃、700℃の各温度において、リーク電流は観測されず、加熱面内の温度差は10℃であった。

【0061】また、外殻層25から試料（本発明外の焼結体）を切り出し、湿式化学分析により金属不純物量を測定したところ、68ppmであった。内包層26から試料（本発明内の焼結体）を切り出し、リチウム量を測定したところ、1ppm以下であった。

【0062】また、図8に示す金属埋設品10Fのように、セラミックス部材40Eの基体28中に内包層27を埋設すると共に、内包層27中に抵抗発熱体7と電極9とを埋設することもできる。

【図面の簡単な説明】

【図1】（a）、（b）、（c）は、それぞれ、サセプター1A、1B、1Cを示す断面図である。

【図2】本発明の一実施形態に係る金属埋設品10Aを概略的に示す断面図である。

【図3】図2の金属埋設品10Aにおける抵抗発熱体7の埋設パターンを示す断面図である。

【図4】本発明の他の実施形態に係る金属埋設品10Bを概略的に示す断面図である。

【図5】本発明の更に他の実施形態に係る金属埋設品10Cを概略的に示す断面図である。

【図6】本発明の更に他の実施形態に係る金属埋設品10Dを概略的に示す断面図である。

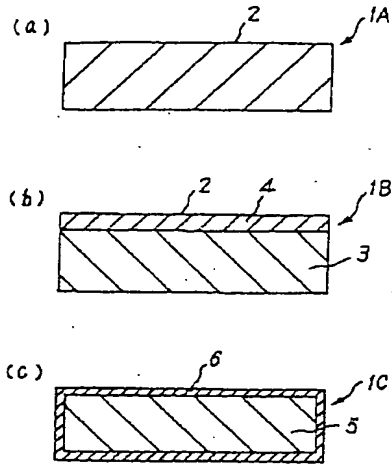
【図7】本発明の更に他の実施形態に係る金属埋設品10Eを概略的に示す断面図である。

【図8】本発明の更に他の実施形態に係る金属埋設品10Fを概略的に示す断面図である。

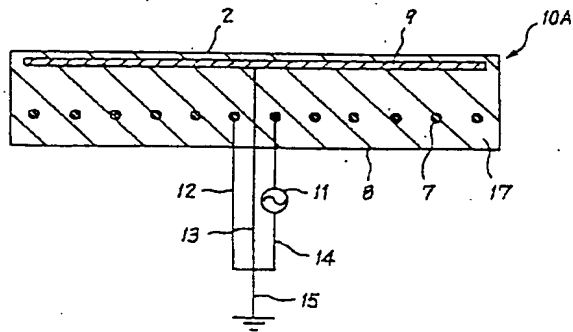
【符号の説明】

1A、1B、1C	サセプター	2	加熱面
3、21、23	基体	4、22、24	表面層
5、20、26、27	内包層	6、25、2	
8、41	外殻層	7	抵抗発熱体
9	電極	10A、10B、10C、10D、10E、10F	金属埋設品（サセプター）
		11	高周波電源
17、40A、40B、40C、40D、40E	セラミックス部材		

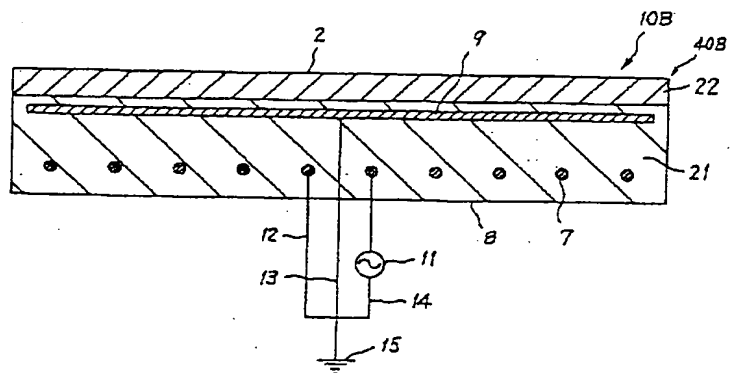
【図1】



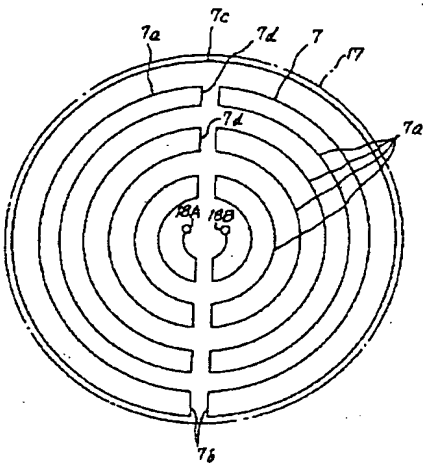
【図2】



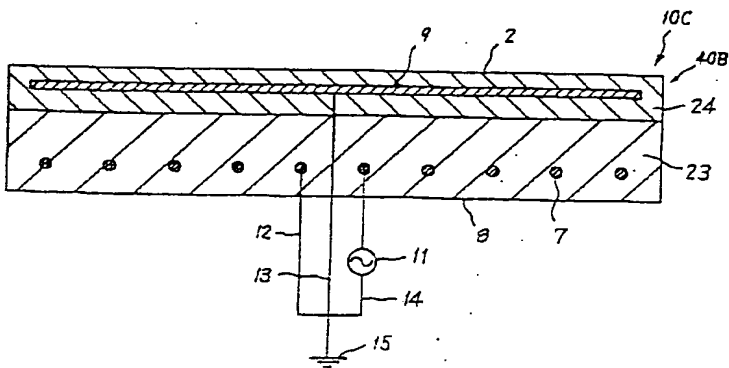
【図4】



【図3】



【図5】



フロントページの続き

(72)発明者 志村 禎徳
愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日
本碍子株式会社内
(72)発明者 大橋 玄章
愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日
本碍子株式会社内

F ターム(参考) 3K092 PP20 QA05 QB02 QB26 QB45
Q874 QB80 RF03 RF11 RF30
SS12 VV06 VV34
4G001 BA06 BA31 BA36 BA67 BA71
BA81 BA82 BB01 BB06 BB36
BB67 BB71 BC42 BD01 BD02
BD14 BD23 BD37 BD38 BE11
5F031 HA16 HA37 MA28 MA29